

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-058744

(43)Date of publication of application : 09.03.1993

---

(51)Int.Cl.

C04B 35/58  
H01B 3/12

---

(21)Application number : 03-105146

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 11.04.1991

(72)Inventor : YAMAKAWA AKIRA  
MIYAKE MASAYA  
SOGABE KOICHI

---

### (54) ALUMINUM NITRIDE SINTERED BODY

#### (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a dense aluminum nitride sintered body having high heat conductivity and a color tone such, as black and suitable for a circuit board or a semiconductor packaging material.

CONSTITUTION: This aluminum nitride sintered body is based on AlN, contains 0.01-3.0wt.% one or more selected from among Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Fe, Co, Ni, Nb and Ho and has a color tone,  $\geq 10^{13} \Omega \text{cm}$  electric resistance and  $\geq 10 \text{kV/mm}$  dielectric breakdown voltage.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.11.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 05.12.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-58744

(43) 公開日 平成 5 年 (1993) 3 月 9 日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/58	1 0 4 A	8821-4G		
H 0 1 B 3/12	3 3 7	9059-5G		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平3-105146	(71) 出願人	000002130 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番33号
(22) 出願日	平成 3 年 (1991) 4 月11日	(72) 発明者	山川 晃 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友 電気工業株式会社伊丹製作所内
		(72) 発明者	三宅 雅也 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友 電気工業株式会社伊丹製作所内
		(72) 発明者	曾我部 浩一 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友 電気工業株式会社伊丹製作所内
		(74) 代理人	弁理士 小松 秀岳 (外 2 名)

(54) 【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結体

(57) 【要約】

【目的】 回路基板、半導体パッケージ材料に適する、緻密質で高熱伝導率をもち、かつ黒色等の色調をもった窒化アルミニウム焼結体を提供する。

【構成】 AlNを主成分とし、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、Ni、Nb及びHoの1種以上を0.01~3.0wt %含有し、着色を呈し、電気抵抗が $10^{13}\Omega\text{cm}$ 以上、絶縁破壊電圧が10kV/mm以上であるもの。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】  $AlN$ を主成分とし、 $Ti$ 、 $Zr$ 、 $Hf$ 、 $V$ 、 $Nb$ 、 $Ta$ 、 $Cr$ 、 $Mo$ 、 $W$ 、 $Mn$ 、 $Fe$ 、 $Co$ 、 $Ni$ 、 $Nd$ 及び $Ho$ からなる群から選ばれた1種以上の金属元素及び／又はその化合物を0.01～3.0重量%含有し、着色を呈し、かつ電気抵抗が $10^{13} \Omega \cdot cm$ 以上絶縁破壊電圧が $10 kV/mm$ 以上であることを特徴とする窒化アルミニウム焼結体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は着色した窒化アルミニウム焼結体に係り、より詳しくは緻密質で高熱伝導率をもち、かつ黒色、茶色、緑色等の色調をもった窒化アルミニウム焼結体でしかも電気特性に優れた焼結体に関する。又、本焼結体を用いた回路基板及び半導体パッケージに関する。

## 【0002】

【従来の技術】最近のLSIの進歩はめざましく、集積度の向上が著しい。これにはICチップサイズの向上も寄与しており、ICチップサイズの向上に伴ってパッケージ当りの発熱量が増大している。このため基板材料の放熱性が重要視されるようになってきた。また、従来IC基板として用いられていたアルミナ焼結体の熱伝導率では放熱性が不十分であり、ICチップの発熱量の増大に対応できなくなりつつある。このためアルミナ基板に代わるものとして、高熱伝導性のベリリア基板が検討されているが、ベリリアは毒性が強く取扱いが難しいという欠点がある。

【0003】一方、窒化アルミニウム( $AlN$ )焼結体は、本来、材質的に高熱伝導性、高絶縁性を有し、毒性もないため、半導体工業において回路基板材料あるいはパッケージ材料として注目を集めている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】上述のように窒化アルミニウムは理論的には単結晶としては高熱伝導性、高絶縁性を有する材料である。しかしながら、窒化アルミニウム粉末から焼結体を製造する場合、窒化アルミニウム粉末自体の焼結性が良くないため、粉末成形後、焼結して得られる窒化アルミニウム焼結体の相対密度(窒化アルミニウムの理論密度 $3.26 g/cm^3$ を基準とする)は、焼結条件にもよるが、高々70～80%しか示さず、多量の気孔を包含する。

【0005】一方、窒化アルミニウム焼結体の如き絶縁性セラミックスの熱伝導機構は、フォノン伝導を主体とするため気孔、不純物等の欠陥はフォノン散乱を起こし、熱伝導性は低レベルのものしか得られない。これらの状況に対し、高熱伝導性窒化アルミニウム焼結体を得るために種々の提案がなされている。

【0006】しかしながら、高熱伝導性の窒化アルミニウム焼結体を製造するためには、高純度の原料を使用

2

し、また工程中の不純物の混合も極力防ぐことが必要とされており、このようにして得られた窒化アルミニウムは白色透明もしくは薄く着色したものに限られ、光の透過を問題とする用途等には使用できなかった。そこで、光の透過を問題とする用途等に着色窒化アルミニウムの開発が望まれていた。さらに、絶縁基板として用いるためには電気抵抗絶縁耐圧が必要である。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を解決するため従来より研究を重ねてきたが、窒化アルミニウムに対しある種の元素又はその化合物を添加することが有効であることを知見し、本発明に至った。

【0008】すなわち、本発明は $AlN$ を主成分とし、 $Ti$ 、 $Zr$ 、 $Hf$ 、 $V$ 、 $Nb$ 、 $Ta$ 、 $Cr$ 、 $Mo$ 、 $W$ 、 $Mn$ 、 $Fe$ 、 $Co$ 、 $Ni$ 、 $Nd$ および $Ho$ からなる群から選ばれた1種以上の金属元素及び／又はその化合物を0.01～3.0重量%含有し、着色を呈し、かつ電気抵抗が $10^{13} \Omega \cdot cm$ 以上絶縁破壊電圧が $10 kV/mm$ 以上であることを特徴とする窒化アルミニウム焼結体である。

【0009】上記着色窒化アルミニウム焼結体の製造は、 $AlN$ を主成分とし、 $Ti$ 、 $Zr$ 、 $Hf$ 、 $V$ 、 $Nb$ 、 $Ta$ 、 $Cr$ 、 $Mo$ 、 $W$ 、 $Mn$ 、 $Fe$ 、 $Co$ 、 $Ni$ 、 $Nd$ および $Ho$ からなる群から選ばれた少なくとも1種の金属元素を0.01～3.0重量%含有する原料粉末を使用して、又、必要な場合には上記原料粉末に焼結助剤としてのIIa又はIIIa族元素を元素換算で0.01～1.0重量%となるように酸化物、窒化物、フッ化物又は炭化物等の化合物として添加し、成形し、非酸化性の窒素含有雰囲気中にて $1600 \sim 2000^\circ C$ で焼結する。

【0010】本発明において高熱伝導性の着色窒化アルミニウムを得るために使用する着色用添加剤としては、次のような元素又はその化合物を挙げることができる。黒色用添加剤としては、 $TiO_2$ 、 $ZrO_2$ 、 $CaCO_3$ 、 $HfO_2$ 、 $V_2O_5$ 、 $Nb_2O_5$ 、 $Ta_2O_5$ 、 $Cr$ 、 $Mo$ 、 $WO_3$ 、 $MnO$ 、 $Fe_2O_3$ 、 $CoO$ 、 $NiO$ 等、茶色用添加剤としては、 $Nd_2O_3$ 等、緑色用添加剤としては $Ho_2O_3$ 等である。これらは酸化物に限定されず、加熱分解し、これらの元素を放出する化合物であれば用いることができる。このような例として例えば炭酸塩、水酸化物、有機化合物等である。

【0011】これらの着色用添加剤は、所望により組合せて用いることもできる。また、本発明の焼結体の製造には、周期律表IIa、IIIa族の元素又はその化合物を0.01～5.0重量%で焼結助剤として使用する場合があるが、それらは具体的には $CaO$ 、 $Y_2O_3$ 、 $CaCO_3$ 、 $CeO_2$ 、 $CaC_2$ などが例示できる。

【0012】焼結体は電気絶縁性に優れ、電気抵抗が $10^{13} \Omega \cdot cm$ 、絶縁破壊電圧が $10 kV/mm$ であること

を特徴とする。

【0013】

【作用】本発明においては、発色剤としてTi、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Fe、Co、Ni、NdおよびHoからなる群から選ばれた少なくとも1種の金属元素を0.01~3.0重量%含有させた窒化アルミニウム粉末を原料粉末として用い焼結することによって、着色し、かつ高熱伝導率で電気抵抗が $10^{13} \Omega \text{cm}$ 以上、絶縁破壊電圧が $10 \text{ kV/mm}$ 以上の窒化アルミニウム焼結体を得られる。

【0014】この場合窒化アルミニウム粉末は、高純度のものを用いる必要がある。酸素量としては2.5重量%以下、炭素を0.5重量%以下、遷移金属又はその化合物以外の不純物を0.01重量%以下、そして金属元素又はその化合物は合計で0.1重量%以下の粉末でなければ、必要な熱伝導率と色調を同時に満足しない。

【0015】窒化アルミニウム粉末の比表面積は、 $2.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上のものが好ましい。比表面積がこれより小さいと緻密質の焼結体を得られない。本発明において黒色以外の茶色、緑色に着色した高熱伝導性の窒化アルミニウム焼結体を得るためには、さらに高純度の窒化アルミニウム粉末を使用することが必要であり、遷移金属元素又はその化合物は0.01重量%以下となるように窒化アルミニウム粉末の純度をコントロールする。

【0016】そして、このような窒化アルミニウム粉末に焼結助剤及び着色剤として例えばNdを用いれば、茶色に着色した窒化アルミニウム焼結体を得ることができる。

【0017】原料粉末であるAlN粉末中におけるこれらの金属元素の含有量が0.01重量%未満では着色AlN焼結体の色調が薄く、光の透過を防止する用途に用

いるためには不十分であり、3.0重量%を越えると金属元素のAlN中への固溶等によって焼結体の熱伝導率が通常 $100 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 以下に低下し、さらに粒界に析出することで、電気抵抗が低下あるいは絶縁耐圧が劣化する。そのためIC基板等として使用できない。又、AlN粉末の他の特性として、高熱伝導率と着色を同時に得るために酸素含有量は0.5~2.5重量%の範囲が好ましく、発色剤として添加する金属元素以外のSi等のAlNへの固溶元素の含有量も $1000 \text{ ppm}$ 以下であることが好ましい。更に、AlN粉末の比表面積は、緻密な焼結体を得るため $2.0 \sim 5.0 \text{ m}^2/\text{g}$ が好ましい。

【0018】上記のようにして得られた本発明の着色した窒化アルミニウム焼結体は、いずれも $150 \text{ W/mK}$ 以上の高い熱伝導性を有しており、緻密質な焼結体表面にAg、Au等の厚膜ペースト、W、Mo等の高融点金属ペーストを印刷し、焼成することによって、窒化アルミニウム回路基板として有用である。さらにこのような基板に半導体素子、リードフレームを組合わせてICパッケージとして用いる。

【0019】

【実施例】次に実施例に基づいて本発明を具体的に説明する。

実施例1

窒化アルミニウム粉末(BET  $3.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 、酸素0.50重量%、金属不純物0.01重量%)に、フェノール樹脂を1.0重量%、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ を1.0重量%、さらに下記の表1に示した添加物を加え、 $30 \times 30 \times 3 \text{ mm}$ の成形体を製造した。

【0020】

【表1】

	添加物	焼 結 体 特 性				
		色 調	熱伝導率	密度	電気抵抗	絶縁耐圧
1	$\text{Nd}_2\text{O}_3$ 0.8重量%	茶 色	220	3.26		
* 2	$\text{CaCO}_3$ 0.8	白透明	180	"		
3	$\text{TiO}_2$ 0.8	黒 色	140	"		
4	$\text{Ho}_2\text{O}_3$ 0.8	緑 色	220	"		
5	$\text{TiO}_2$ 0.8	黒 色	160	"		
6	$\text{ZrO}_2$ 0.8	黒 色	170	"		
7	$\text{V}_2\text{O}_5$ 0.8	黒 色	160	"		

5					6	
8	WO <sub>3</sub> 0.8	黒色	180	"	>10 <sup>13</sup>	>10 kV/mm
9	MnO 0.8	黒色	170	"		
10	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.8	黒色	160	"		
11	CoO 0.8	黒色	160	"		
12	NiO 0.8	黒色	170	"		
* 13	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.8	白色	100	"	10 <sup>10</sup>	2kV/mm
* 14	SiO <sub>2</sub> 0.8	白色	120	"		
* 15	TiO <sub>2</sub> 5.0	黒色～茶色	80	"	10 <sup>10</sup>	2kV/mm
16	TiO <sub>2</sub> 2.0	黒色	120	"	>10 <sup>13</sup>	>10kV/mm

## \* 本発明外

【0021】成形体は窒素フロー中1800℃で7時間焼成し、板状の焼結体を得た。得られた焼結体の色調、熱伝導率、密度を測定した。本発明の焼結体が着色された高熱伝導の窒化アルミニウムであり高い絶縁抵抗と絶縁耐圧をもつ従来にない性能を持つことがわかる。

## 【0022】実施例2

実施例1に示した番号1の焼結体に市販のAuペーストを印刷し、930℃大気中で焼成したところ、接着強度3kg/m<sup>2</sup>をもつ導体回路が形成されることがわかつ

た。すなわち、本発明の窒化アルミニウム焼結体は高熱伝導の回路基板として使用可能である。

## 【0023】

【発明の効果】本発明は、緻密質で高熱伝導率をもち、かつ、黒色等の色調を持った窒化アルミニウム焼結体で、しかも電気抵抗、絶縁破壊電圧特性に優れたものである。回路基板及び半導体パッケージに適用して効果がある。